

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-001635
 (43)Date of publication of application : 06.01.1999

(51)Int.Cl. C09D 5/03
 C09D 7/12
 C09D143/04
 C09D201/10

(21)Application number : 09-172982 (71)Applicant : SANYO CHEM IND LTD
 (22)Date of filing : 12.06.1997 (72)Inventor : FUJIMOTO MASAHIRO

(54) RESIN COMPOSITION FOR MOISTURE-CURABLE POWDER COATING MATERIAL

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a resin composition for moisture-curable powder coating materials which have improved heat-resistant storability in the formation of a continuous film by heat melting after application and can therefore give smooth tough coating films by including a hydrolyzable-silyl-containing resin having a specified glass transition temperature and a thermally latent catalyst which accelerates the hydrolysis reaction of the silyl groups at a specified temperature or higher.

SOLUTION: The hydrolyzable-silyl-containing resin has a glass transition point of 20-100° C. The hydrolyzable silyl is exemplified by a halogenosilyl or an acylsilyl and is desirably an alkoxysilyl. The resin is exemplified by a vinyl, polyester, polyurethane or epoxy one and is desirably a vinyl resin by reason of the appearance of a coating film. The resin into which a hydrolyzable silyl has been introduced is obtained by copolymerizing a vinylsilane with desirably a vinylaromatic compound or an acrylate. The thermally latent catalyst can be activated by heating to 70° C or higher and is exemplified by a salt of a Lewis acid with a Lewis based or an onium compound.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 08.06.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-1635

(43)公開日 平成11年(1999)1月6日

(51)Int.Cl.⁶
C 0 9 D 5/03
7/12
143/04
201/10

識別記号

F I
C 0 9 D 5/03
7/12
143/04
201/10

Z

審査請求 未請求 請求項の数6 FD (全 6 頁)

(21)出願番号

特願平9-172982

(22)出願日

平成9年(1997)6月12日

(71)出願人 000002288

三洋化成工業株式会社

京都府京都市東山区一橋野本町11番地の1

(72)発明者 藤本 正弘

京都市東山区一橋野本町11番地の1 三洋化成工業株式会社内

(54)【発明の名称】 湿気硬化性粉体塗料用樹脂組成物

(57)【要約】

【課題】 粉体塗料の耐熱保存安定性および塗膜強度を犠牲にすることなく、平滑性に優れた塗膜を得ることのできる粉体塗料用樹脂組成物を提供する。

【解決手段】 ガラス転移点が20～100°Cであり、かつ、分子内に少なくとも1個の加水分解性シリル基を有する樹脂(A)および70°C以上に加熱することで該シリル基の加水分解反応を促進する触媒作用を発現する熱潜在性触媒(B)からなる湿気硬化性粉体塗料用樹脂組成物および該組成物からなる粉体塗料。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ガラス転移点が20～100°Cであり、かつ、分子内に少なくとも1個の加水分解性シリル基を有する樹脂(A)および70°C以上に加熱することで該シリル基の加水分解反応を促進する触媒作用を発現する熱潜在性触媒(B)からなる湿気硬化性粉体塗料用樹脂組成物。

【請求項2】 該樹脂(A)が分子中に加水分解性シリル基を有するビニル系重合体である請求項1記載の組成物。

【請求項3】 該熱潜在性触媒(B)が、プロトン酸もしくはルイス酸をルイス塩基で中和した化合物、スルホン酸エステル類、リン酸エステル類、アミンイミド化合物およびオニウム化合物からなる群から選ばれる1種以上である請求項1記載の組成物。

【請求項4】 該熱潜在性触媒(B)の配合割合が、該樹脂(A)の重量に対して0.01～10重量%である請求項1～3いずれか記載の組成物。

【請求項5】 請求項1～4いずれか記載の組成物を含有してなる湿気硬化性粉体塗料。

【請求項6】 請求項5記載の粉体塗料を被塗物に塗布し、加熱により塗料を溶融平滑化させるとともに湿気存在下で養生することにより硬化させることを特徴とする塗膜形成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は湿気硬化性を有する粉体塗料用樹脂組成物に関する。更に詳しくは、保存安定性が良好で、しかも塗装後空気中の水分により強固に硬化する粉体塗料用樹脂組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、環境問題に対する関心が高まる中、環境に対する影響の大きい有機溶剤の規制が強まっている。塗料分野においてもこの動きは同様であり、脱溶剤型塗料として粉体塗料は有力な候補として位置づけられている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、現在の主流である熱硬化性粉体塗料は固体状の粉末塗料を塗装後加熱溶融して連続皮膜を形成させつつ硬化反応を行わせるものであり、溶融流動化とほぼ同時に硬化反応が開始するため溶融塗料の粘度が上昇し、十分に平滑な塗膜の仕上がりを得るのが難しいという欠点があった。この問題の解決方法として粉体塗料の結着樹脂の分子量を低下させることで塗料の溶融粘度を下げる方法があるが、この方法では、分子量の低下に伴って粉体塗料の耐熱保存性が悪化し、また、得られる塗膜の強度も低下するという欠点があった。

【0004】本発明の目的は、上記現状に鑑み、耐熱保存性および塗膜強度を犠牲にすることなく、平滑性に優

れた塗膜を得ることのできる粉体塗料用樹脂組成物を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記目的を達成するために鋭意検討した結果、本発明に到達した。すなわち本発明は、ガラス転移点が20～100°Cであり、分子内に少なくとも1個の加水分解性シリル基を有する樹脂(A)および70°C以上に加熱することで該シリル基の加水分解反応を促進する触媒作用を発現する熱潜在性触媒(B)からなる湿気硬化性粉体塗料用樹脂組成物(第一発明)；該組成物を含有してなる湿気硬化性粉体塗料(第二発明)；並びに、該粉体塗料を被塗物に塗布し、加熱により塗料を溶融平滑化させるとともに空気中の水分により硬化させることを特徴とする塗膜形成方法(第三発明)に関するものである。

【0006】

【発明の実施の形態】本発明における加水分解性シリル基含有樹脂(A)(以下、このものを「樹脂(A)」といふ)は、加水分解性シリル基を分子中に1個以上有する重合体からなり、加水分解性シリル基としては、ハロゲノシリル基、アシロシリル基、アミドシリル基、アミノキシシリル基、アルケニルオキシシリル基、アミノシリル基、オキシムシリル基、アルコキシシリル基、チオアルコキシシリル基等が挙げられる。好ましくはアルコキシシリル基である。

【0007】上記樹脂(A)としては、例えば、ビニル系樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、エポキシ樹脂等の樹脂の側鎖および/または末端に加水分解性シリル基を導入したものが挙げられる。これらのうちでは、塗膜の外観および耐候性が優れる点でビニル系樹脂に加水分解性シリル基を導入したものが好ましい。

【0008】上記樹脂(A)のうちビニル系樹脂に加水分解性シリル基を導入した樹脂(A1)は、①加水分解性シリル基を有するビニル系単量体(a-1)と他のビニルモノマー(a-2)とを共重合させる方法；②粉体塗料に一般に用いられるビニル系樹脂に(a-1)をグラフト重合させる方法等により製造できる。

【0009】上記(a-1)としては、ビニルシラン類[ビニルメチルジメトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリス(β-メトキシエトキシ)シラン等]、(メタ)アクリロキシアルキルシラン類[アーメタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、アーメタクリロキシプロピルトリエトキシシラン、アーメタクリロキシプロピルメチルジエトキシシラン、アーアクリロキシプロピルトリメトキシシラン、アーアクリロキシプロピルトリエトキシシラン等]等が挙げられる。また、末端または側鎖に1個以上のビニル基と1個以上の加水分解性シリル基を有するオリゴマーも(a-1)に包含される。これらの特にうち

好ましいものは、(メタ)アクリロキシアルキルシラン類である。

【0010】該(a-1)と共に重合されるビニルモノマー(a-2)としては、オレフィン類[炭素数が2~20のα-オレフィン等]、共役ジエン類[ブタジエン、イソブレン、1,3-ペンタジエン等]、ビニル芳香族類[スチレン、α-メチルスチレン、ビニルトルエン等]、ビニルエステル類[酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル等]、(メタ)アクリル酸、(メタ)アクリレート類[炭素数1~28のアルキル(メタ)アクリレート等]等が挙げられる。これらのうちで好ましいものはビニル芳香族類および(メタ)アクリレート類である。

【0011】樹脂(A1)中の(a-1)単位の含有量は通常0.1~50重量%、好ましくは1~20重量%である。(a-1)単位の含有量が0.1重量%未満では塗膜強度が不充分であり、50重量%を超えると塗膜の可撓性低下および被塗物への密着性不良の原因となる。

【0012】上記の(a-1)と(a-2)の共重合体を製造する方法としては、ラジカル重合開始剤の存在下で、(a-1)と(a-2)とを公知の方法(塊状重合、溶液重合等)で重合する方法が挙げられるが、分子量調節の点から有機溶剤中で溶液重合後、脱溶剤をおこなう方法が好ましい。重合反応は常圧または加圧密閉下で行われ、重合温度は通常100~200°Cである。

【0013】上記ラジカル重合開始剤としては、公知のアゾ系開始剤および有機過酸化物系開始剤が挙げられる。代表的なものを例示すれば、アゾビスイソブチロニトリル、アゾビスジメチルバレロニトリル、アゾビス(2-メチルブチロニトリル)、ラウロイルバーオキサイド、t-ブチルバーオキシ-2-エチルヘキサノエート、ベンゾイルバーオキサイド、t-ブチルバーオキシイソブチレート、t-ブチルバーオキシイソブロピルカーボネート、t-ヘキシルバーオキシゼンゾエート、t-ブチルバーオキシベンゾエート、ジクミルバーオキサイド、t-ブチルクミルバーオキサイド、ジ- t-ブチルバーオキサイド等を挙げることができる。これらは1種または2種以上を併用してもよい。ラジカル重合開始剤の使用量は重合させるビニルモノマーの総重量に対して通常0.1~30重量%である。

【0014】上記の重合反応において、必要に応じて公知のラジカル連鎖移動剤を用いてもよい。該連鎖移動剤としては、ブチルメルカプタン、ヘキシルメルカプタン、オクチルメルカプタン、ノニルメルカプタン、デシルメルカプタン、ウンデシルメルカプタン、ドデシルメルカプタン、テトラデシルメルカプタン、ペンタデシルメルカプタン、キサデシルメルカプタン、ヘプタデシルメルカプタン、オクタデシルメルカプタン等、およびこれらのカルボン酸エステルが挙げられる。ラジカル重合連鎖移動剤の使用量はグラフトさせるモノマーの総重量に対して通常0.01~15重量%である。

コール、エチレングリコール、グリセリン等のアルコール類等が挙げられる。ラジカル重合連鎖移動剤の使用量は重合させるモノマーの総重量に対して通常0.01~15重量%である。

【0015】上記の重合反応において必要により用いられる溶剤としては、トルエン、キシレン、クメン等の芳香族溶剤、メチルイソブチルケトン等のケトン系溶剤、酢酸ブチル等のエスチル系溶剤およびこれらの2種以上の混合溶剤が挙げられる。

【0016】また、上記のビニル系樹脂に(a-1)をグラフト重合させる方法は、例えば、粉体塗料に一般に用いられるビニル系樹脂にラジカル連鎖移動剤存在下、有機過酸化物系ラジカル重合開始剤を用いて(a-1)をグラフト重合する方法が挙げられる。

【0017】上記ラジカル重合連鎖移動剤としては、連鎖移動定数の大きな硫黄含有連鎖移動剤である炭素数4~18のアルキルメルカプタン類が望ましく、ブチルメルカプタン、ヘキシルメルカプタン、オクチルメルカプタン、ノニルメルカプタン、デシルメルカプタン、ウンデシルメルカプタン、ドデシルメルカプタン、テトラデシルメルカプタン、ペンタデシルメルカプタン、キサデシルメルカプタン、ヘプタデシルメルカプタン、オクタデシルメルカプタン等、およびこれらのカルボン酸エステルが挙げられる。ラジカル重合連鎖移動剤の使用量はグラフトさせるモノマーの総重量に対して通常0.01~15重量%である。

【0018】上記有機過酸化物系ラジカル重合開始剤の具体例としては、t-ブチルパーオキシラウレート、t-ブチルパーオキシアセテート、t-ブチルパーオキシベンゾエート、ジクミルバーオキサイド、t-ブチルクミルバーオキサイド等が挙げられる。該有機過酸化物系ラジカル重合開始剤の使用量はグラフトさせるモノマーの総重量に対して通常0.1~30重量%である。

【0019】グラフト反応時の反応温度は、使用するラジカル重合開始剤によって異なるが100~200°Cが好ましい。より好ましくは130~180°Cである。

【0020】樹脂(A)の数平均分子量は、通常500以上、好ましくは1000~30000、さらに好ましくは2000~10000である。数平均分子量が500に満たない場合、塗料に使用した際の塗膜の強度が不十分となる。

【0021】樹脂(A)の示差熱分析(DSC)で測定されるガラス転移点(Tg)は、通常20~100°C、好ましくは30~80°C、さらに好ましくは40~60°Cである。Tgが20°C未満では粉体塗料にした際、室温での粉体同士のブロッキングが起こるなど、保存安定性が悪化し、100°Cを超えると塗膜の溶融平滑性が悪化する。

【0022】また、樹脂(A)の125°Cにおける溶融粘度は、通常1~500Pa·s、好ましくは10~2

00 Pa·s、さらに好ましくは10~100 Pa·sである。溶融粘度が1 Pa·s未満では溶融平坦化時にタレが生じて塗膜外観を損ない、500 Pa·sを超えると塗膜の平滑性が悪化する。

【0023】本発明における熱潜在性触媒（B）（以下、このものを「触媒（B）」という）は、一定温度（70°C）以上の加熱により酸性触媒または塩基性触媒を再生し、加水分解性シリル基の加水分解反応を促進する触媒として作用するもので、例えば、プロトン酸をルイス塩基で中和した化合物、ルイス酸をルイス塩基で中和した化合物、スルホン酸エステル類、リン酸エステル類、アミンイミド化合物、各種オニウム化合物類およびこれらの2種以上の混合物が挙げられる。

【0024】プロトン酸をルイス塩基で中和した化合物としては、例えば、ハログノカルボン酸類、スルホン酸類、硫酸モノエステル類、リン酸モノエステル類、リン酸モノもしくはジエステル類、ポリリン酸エステル類、ホウ酸モノおよびジエステル類などのプロトン酸を、アンモニア、モノエチルアミン、トリエチルアミン、ピリジン、ピペリジン、アニリン、モルホリン、シクロヘキシルアミン、n-ブチルアミン、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミンなどの各種アミン、トリアルキルホスフィン、トリアリールホスフィン、トリアルキルホスファイト、トリアリールホスファイトなどのルイス塩基で中和した化合物などが挙げられる。

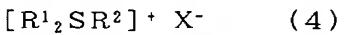
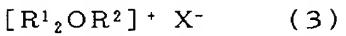
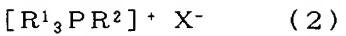
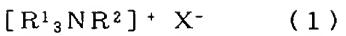
【0025】また、ルイス酸をルイス塩基で中和した化合物としては、例えば、BF₃、FeCl₃、SnCl₄、AlCl₃、ZnCl₂などのルイス酸を前記のルイス塩基で中和した化合物などが挙げられる。

【0026】スルホン酸エステルとしては、例えば、メタンスルホン酸、エタンスルホン酸、ベンゼンスルホン酸、ドデシルベンゼンスルホン酸、ナフタレンスルホン酸などのスルホン酸類とn-プロパノール、n-ブタノール、n-ヘキサノールなどの第一級アルコール類またはイソプロパノール、2-ブタノール、2-ヘキサノール、シクロヘキサノールなどの第二級アルコール類とのエステル化物などが挙げられる。

【0027】リン酸エステルとしては、例えば、n-ブロパノール、n-ブタノール、n-ヘキサノール、2-エチルヘキサノールなどの第一級アルコール類またはイソブロパノール、2-ブタノール、2-ヘキサノール、シクロヘキサノールなどの第二級アルコール類のリン酸モノエステル類およびジエステル類が挙げられる。

【0028】アミンイミド化合物としては、例えば、1,1,1-トリメチルアミンブチルイミド、1,1-ジメチル-1-(2-ヒドロキシプロビル)アミンエチルイミド等が挙げられる。

【0029】オニウム化合物としては、例えば下記一般式(1)~(4)



〔式中、R¹は炭素数1~12のアルキル基、アルケニル基、アリール基、アルキルアリール基またはシクロアルキル基（ただし、2個のR¹は互いに結合してN、P、OまたはSをヘテロ原子とする複素環を形成してもよい。）、R²は炭素数1~12のアルキル基、アルケニル基、アリール基、アルキルアリール基、または水素原子、X⁻はSbF₆⁻、AsF₆⁻、PF₆⁻またはBF₆⁻を表す。〕で示される化合物などが挙げられる。

【0030】上記に例示した触媒（B）は1種または2種以上を組み合わせて用いることができる。これらのうち特に好ましいものは、上記一般式(4)で示されるスルホニウム化合物のうち、アニオン種としてSbF₆⁻またはPF₆⁻を有する芳香族スルホニウム塩である。

【0031】樹脂（A）と触媒（B）の混合方法としては、たとえば①溶融混練機を用いて樹脂（A）中に触媒（B）を溶融混練する方法；②該樹脂（A）を使用して作成した粉体塗料に微粉碎した触媒（B）を粉体ブレンドする方法等が挙げられるが、均一分散の観点から①の溶融混練する方法が好ましい。溶融混練は加熱ロール、エクストルーダ、2軸押し出し機等を用いて樹脂（A）の軟化温度以上、触媒（B）の触媒作用発現温度以下の温度範囲（通常70~140°C）で行われる。

【0032】使用する触媒（B）の触媒作用発現温度は、粉体塗料に粉体ブレンドで混合する場合は、保管時に実質的に触媒作用を発現しない70°Cから塗装時の焼き付け温度（通常130°C~220°C）までの範囲のものを適宜選択することができるが、溶融混練法で混合する場合は、溶融混練温度（通常70~130°C）を超えて塗装時の焼き付け温度までの範囲のものを選択する必要がある。

【0033】樹脂（A）と触媒（B）の配合比率は、樹脂（A）中の加水分解性シリル基の含有量、その種類等によって適宜選択できるが、触媒（B）の量は樹脂（A）の重量に対して通常0.01~10重量%、好ましくは0.5~5重量%である。0.01重量%未満では触媒作用が不充分であり、10重量%を超えると塗膜中に酸性または塩基性物質を多量に含有することとなるため塗膜および被塗物の劣化の原因となる。

【0034】本発明の組成物を使用した湿気硬化性粉体塗料の製造方法については特に制限はないが、たとえば、クリア系粉体塗料の場合、所定割合の樹脂（A）、触媒（B）および必要によりその他の添加物をヘンシェルミキサー等で予備混合した後、これらの混合物を押し出し機等の混練装置で通常70~130°C、好ましくは80~120°Cの温度で溶融混合して均一化し、次いで冷却して固化させる。得られる固体を公知の方法で粉碎

し、粗大粒子のもの（0.1mm以上の粒度のもの）を分級除去することでクリア系の粉体塗料が得られる。粉体塗料の粒径は通常10~100m μ （平均粒径約50m μ ）である。エナメル系の場合、上記予備混合時に、例えば白色塗料の場合には、酸化チタンを樹脂（A）の重量に対して20~40重量%混合し、上記と同様の操作をすることで白色のエナメル粉体塗料が得られる。

【0035】また、本発明の樹脂組成物からなる湿気硬化性粉体塗料は、必要により公知の熱安定剤、染料、顔料、艶消し剤、紫外線吸収剤、流動調整剤などの各種添加剤を配合することも可能であり、これらの添加剤が本発明の湿気硬化性樹脂組成物の硬化反応を阻害するようなものでない限り特に制限はない。

【0036】また、本発明の樹脂組成物からなる湿気硬化性粉体塗料において、湿気硬化を阻害しない範囲で、必要により該樹脂組成物とともに他の硬化系（熱硬化型等）の粉体塗料用樹脂を併用してもよい。

【0037】被塗物に塗布された本発明の粉体塗料の溶融・平滑化工程で用いられる熱源としては、赤外線、遠赤外線、電磁波および熱風等が適宜使用でき、好ましいのは赤外線、遠赤外線および熱風である。

【0038】なお、本発明の粉体塗料は平滑塗膜形成後、湿気存在下で養生することで高硬度の硬化塗膜を与えるものであり、通常、常温・常湿（例えば23°C、65%RH）でも約1週間で充分な硬化塗膜が得られるが、硬化速度をさらに速める必要がある場合には高温・高温下（例えば60°C、90%RH）で養生することでより短時間で硬化を行うことができる。

【0039】本発明の湿気硬化性粉体塗料を用いた塗膜形成方法としては、該湿気硬化性粉体塗料を公知の粉体塗料塗装機（例えば静電塗装機）を用いて被塗物に塗装し、赤外線等の熱源を用いて通常130~220°C、好ましくは140~180°Cに加熱（通常10分間程度）して塗料を溶融・平坦化させた後、湿気存在下で養生することで硬化塗膜を形成させる方法が例示できる。

【0040】

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれに限定されるものでない。以下において、部は重量部を示す。なお、分子量は東ソーリー製GPC測定装置（HLC-8120）及び東ソーリー製カラム（Super H4000+H3000+H2000）を用い、テトラヒドロフランを展開溶媒として試料濃度0.3重量%にて測定した。また、Tgは、セイコー電子工業製DSC測定装置（RDC220+SSC15200H）を用いて測定した。

【0041】【加水分解性シリル基含有樹脂の合成】

製造例1

内容量1リットルのガラス製オートクレーブ中にトルエン200部を仕込み、十分に窒素置換して110°Cに昇温後、攪拌しつつメチルメタクリレート160部、スチ

レン140部、ブチルアクリレート60部、マーメタクリロキシプロピルトリメトキシシラン40部、ドデシルメルカプタン1部およびアゾビスイソブチロニトリル15部の混合物を2時間かけて滴下した。滴下終了後同温度で1時間保持することによって重合を完結させた後トルエンを留去し、加水分解性シリル基含有ビニル樹脂（A-1）を得た。（A-1）のTgは55°C、数平均分子量は5400、重量平均分子量12000、125°Cにおける溶融粘度は45Pa·sであった。

【0042】【比較用樹脂の合成】

製造例2

内容量1リットルのガラス製オートクレーブ中にトルエン200部を仕込み、十分に窒素置換して110°Cに昇温後、攪拌しつつメチルメタクリレート160部、スチレン100部、ブチルアクリレート40部、グリシジルメタクリレート100部、ドデシルメルカプタン1部およびアゾビスイソブチロニトリル15部の混合物を2時間かけて滴下した。滴下終了後同温度で1時間保持することによって重合を完結させた後トルエンを留去し、グリシジル基含有ビニル樹脂（C）を得た。（C）のTgは54°C、数平均分子量は5000、重量平均分子量は12000、125°Cにおける溶融粘度は40Pa·sであった。

【0043】実施例1

製造例1で得られた加水分解性シリル基含有ビニル樹脂（A-1）100部にSbF₆⁻系の芳香族スルホニウム塩である熱潜在性触媒（触媒作用発現温度150°C）

「サンエイドSI-150（三新化学工業製）2部および塗面調整剤「モダフロー」（モンサント社製）1部を加え、100°Cで2軸押し出し機「池貝PCM30」（池貝鉄工製）を用いて混練し、冷却後、粒径20~150μmに粉碎しクリアー粉体塗料を得た。得られた粉体塗料を静電粉体塗装機「PG-1」（松尾産業製）を用いて、燐酸亜鉛処理鋼板に静電塗装を行い、塗装板を170°Cで10分間加熱し、次いで23°C、65%RHの恒温恒湿機中で7日間養生して塗膜厚50μmの硬化塗膜板を得た。

【0044】比較例1

製造例2で得られたグリシジル基含有ビニル樹脂（C）87部にドデカン二酸（宇部興産製）13部および塗面調整剤「モダフロー」（モンサント社製）1部を加え、100°Cで2軸押し出し機「池貝PCM30」（池貝鉄工製）を用いて混練し、冷却後、粒径20~150μmに粉碎しクリアー粉体塗料を得た。得られた粉体塗料を静電粉体塗装機「PG-1」（松尾産業製）を用いて、燐酸亜鉛処理鋼板に静電塗装を行い、塗装板を170°Cで20分間加熱し、塗膜厚50μmの硬化塗膜板を得た。

【0045】【評価】実施例および比較例で得た各粉体塗料および硬化塗装板について、下記項目の試験を行

い、その評価結果を表1に示した。

(1) 粉体塗料の貯蔵安定性

密封容器にいれた各粉体塗料を温度40°Cの環境下に1週間放置し、粒子間のブロッキングの状態を目視により確認した。ブロッキングの発生のないものを良好、ブロッキングの発生したものを不良とした。

(2) レベリング性(平滑性)

塗膜表面の平滑性を目視で確認した。

(3) 光沢60度グロス

塗膜表面の60度グロスを光沢計「VG-1D」(日本電色工業)を用いて測定した。

(4) 鉛筆硬度

JIS-K-5400 8.4.2に準拠した。なお、この評価では、F以上が実用可能範囲である。

【0046】

【表1】

		実施例1	比較例1
粉体特性	貯蔵安定性	良好	良好
塗膜特性	レベリング性	良好	ややゆず肌
	光沢60度グロス値	9.5	8.7
	鉛筆硬度	2H	H

【0047】

【発明の効果】本発明の加水分解性シリル基含有樹脂を用いた温氣硬化性粉体塗料は、熱溶融と硬化反応とを完全に分離することが可能であり、表面平滑性の優れた塗膜を仕上げることができる。また、従来の熱硬化型では焼き付け時に熱硬化反応も同時にしているため焼き付けには高温で長時間要するが、本発明の硬化方式では焼

き付けは実質的に粉体塗料の溶融・平滑化のみでよく、従来の熱硬化性粉体塗料に比べ焼き付け時間を大幅に短縮できるとともに熱エネルギーコスト削減もできる。上記効果を奏すことから本発明の粉体塗料は、塗膜外観の高性能化、塗装時間の短縮化、コストダウン等が切望される粉体塗料を用いた種々の塗装用途に有用である。